

Katowice, 23.08.2019 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej **Pani mgr inż. Marty Orłowskiej**

p.t.: „**Wytwarzanie i łączenie aluminium o strukturze ultradroboziarnistej**”

wykonanej na Wydziale Inżynierii Materiałowej

Politechniki Warszawskiej

pod kierunkiem **Pani prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej**

Podstawa prawna opracowania recenzji:

*Recenzja została wykonana na podstawie uchwały Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej z dnia 22 lutego 2019 roku, zgodnie z art. 14, ust.2 i art.20, ust. 5 Dz.U. Nr 65, poz. 595 z dnia 16 kwietnia 2003r. (z późniejszymi zmianami) na zlecenie Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej z dnia 17 czerwca 2019r oraz rozprawy doktorskiej pt. „**Wytwarzanie i łączenie aluminium o strukturze ultradroboziarnistej**”.*

1. Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej

Kształtowanie właściwości mechanicznych materiałów o strukturze drobnoziarnistej oraz sposobów ich łączenia i jednocześnie zapewnienia dobrej odporności korozyjnej, jest wciąż zagadnieniem niezwykle ważnym i jednocześnie stanowi wciąż aktualną problematykę badawczą w zakresie inżynierii materiałowej w wielu światowych ośrodkach naukowych. Ze względu na niestabilność cieplną tych materiałów pojawiają się trudności w procesach ich łączenia oraz utrata ich dobrych właściwości w warunkach złożonych obciążeń mechanicznych i korozyjnych. Jednym z najważniejszych czynników odgrywających ogromną rolę w kształtowaniu właściwości

mechanicznych materiałów drobnoziarnistych, jak również decydujących o możliwościach ich łączenia, jest ich struktura, a w szczególności wielkość ziaren. Zjawiska fizyczne wiążą nierozzerwalnie takie procesy, jak odkształcenie plastyczne, umocnienie czy też zdrowienie i rekrytalizacja, z morfologią ziarna w materiałach. Zmiany struktury odkształcanych plastycznie materiałów od skali makroskopowej, poprzez mikrometryczną aż do skali nanometrycznej są bardzo złożone i mimo wielu badań nie do końca wyjaśnione. W szczególności dotyczy to zjawisk towarzyszących procesom ich łączenia bowiem jest to związane z ich niestabilnością cieplną związaną z małymi wielkościami ziarna.

Pani Marta Orłowska prezentuje interesujące i kompleksowe podejście do opisu zjawisk towarzyszących wytwarzaniu i charakterystyce właściwości materiałów drobnoziarnistych umiejętnie dobierając materiał do badań, aluminium o czystości technicznej 99,50 % mas. - AA 1050 oraz AA 1350. Jako materiał wsadowy do wytworzenia płytek do badań wybrano 2 zróżnicowane pod względem postaci półwyroby: blachy walcowane na zimno z aluminium EN-AW 1050 w stanie H24 oraz pręty wyciskane na gorąco z aluminium EN-AW 1350. Materiały te zostały poddane 2 różnym procesom rozdrobnienia o struktury przy użyciu metod dużego odkształcenia plastycznego (SPD – *Severe Plastic Deformation*): przeciskania przez kanał kątowy ze zwiększeniem efektywności procesu poprzez zastosowanie przyrostowego odkształcenia I-ECAP (*Incremental - Equal Channel Angular Pressing*) oraz techniką hybrydową polegającą na połączeniu procesu mteCAP (*multi turn ECAP*) z wieloobrotowym walcowaniem płaskim. Jednocześnie w pracy zaplanowano połączenia otrzymanych materiałów po procesach rozdrobnienia ziarna technologią zgrzewania tarcowego z mieszaniem materiału zgrzeiny FSW (*Friction Stir Welding*).

Tak zaprojektowany eksperyment w niniejszej pracy dostarczył wielu interesujących wyników (i nie mogło być zresztą inaczej), które wnoszą, w moim przekonaniu, istotny wkład w opracowanie technologii kształtowania właściwości mechanicznych materiałów polikrystalicznych w procesach dużego odkształcenia plastycznego oraz poznanie przebiegu zjawisk towarzyszących tym procesom. Tematyka tej pracy świetnie wpisuje się w krąg problematyki badawczej z zakresu zaawansowanych badań struktury, właściwości materiałów polikrystalicznych oraz roli granic ziaren rozwijanej od wielu lat z powodzeniem w Politechnice Warszawskiej. Stanowi następny nowy ale jednocześnie znaczący element w tych poszukiwaniach.

Nadaje to tematowi rozprawy doktorskiej Pani Marty Orłowskiej walor aktualności i oryginalności, szczególnie w aspekcie opracowaniu innowacyjnego rozwiązania technologicznego dla połączenia

ultradrobnoziarnistego aluminium w procesie FSW. Pani Marta Orłowska w swojej pracy prezentuje kompleksowe podejście do zagadnienia, od wytworzenia materiału do oceny jego właściwości w aspekcie połączenia technologią FSW. Rozprawę doktorską Pani Marty Orłowskiej charakteryzuje walor aktualności i oryginalności nie tylko w zakresie wybranej tematyki badań, ale także w aspekcie zastosowania spektrum metod badawczych na najwyższym poziomie.

2. Charakterystyka szczegółowa rozprawy doktorskiej

Praca napisana jest jasno i wyraźnie rozdzielona na dwie części: przegląd literatury zakończony określeniem celu i zakresu pracy (rozdziały 1- 6, strony od 13 do 57), opisu materiału i metodyki badań (rozdział 7, strony 58-70) oraz badań własnych zakończonych krótką dyskusją wyników i wnioskami (rozdział 9, strony od 71 do 145). Ogólnie praca liczy 161 stron. Autorka powołuje się na 156 pozycji literaturowych, w tym 2 (z listy A) jest współautorką. Wskazuje to na znakomite rozeznanie w literaturze przedmiotu, w tym co jest godne również uwagi, w pracach autorów polskich. Klasyczny układ pracy pozwala jednoznacznie wyodrębnić osiągnięcia własne Pani mgr inż. Marty Orłowskiej.

Cześć studialna pracy jest integralnie związana z jej tematem i została oparta na szerokim przeglądzie najnowszych pozycji literaturowych i monograficznych, dotyczących we wprowadzeniu literaturowym do tematyki badawczej (rozdział 2) charakterystyki materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej, spajania aluminium i jego stopów (rozdział 3), charakterystyce zgrzewania tarcowego z mieszaniem materiału zgrzeiny FSW (rozdział 4), wytwarzania elementów płaskich (blach i płytek) metodami dużego odkształcenia plastycznego SPD (rozdział 5).

W tej części pracy, na uwagę zasługuje dobra, chociaż czasami zbyt ogólnikowa, charakterystyka struktury i właściwości stopów (właściwości mechaniczne, zdolność do odkształcenia nadplastycznego, stabilność cieplna i odporność korozyjna) o strukturze ultradrobnoziarnistej, w szczególności stopów aluminium. Jest to cenna część pracy, szczególnie ze względu na bardzo szeroki i właściwy dobór źródeł literaturowych.

W analizie literatury Pani Marta Orłowska wyraźnie wskazuje, że mimo bardzo dobrych właściwości wytrzymałościowych tej grupy materiałów, istnieją problemy związane z utworzeniem trwałych połączeń elementów z nich wykonanych. Szczegółowo zostały przedstawione w pracy możliwości i ograniczenia związane z zastosowaniem technologii łączenia FSW.

Wynikiem krytycznej analizy literatury i jej podsumowania jest sformułowanie przez Panią mgr inż. Martę Orłowską głównego celu pracy jako:

„Ocena przydatności metody zgrzewania tarcowego z mieszaniem materiału zgrzeiny do łączenia materiałów ultradrobnoziarnistych przy zachowaniu ich wysokich parametrów wytrzymałościowych”,

oraz postawienie 3 celów szczegółowych:

- 1. Opracowanie metod wytwarzania płytek z aluminium o strukturze ultradrobnoziarnistej i małej anizotropii właściwości mechanicznych,**
- 2. Wykonanie złączy metodą zgrzewania tarcowego z mieszaniem materiału zgrzeiny z płytek o strukturze ultra drobnoziarnistej,**
- 3. Ocena mikrostruktury i właściwości wytworzonych złączy.**

Cel główny pracy uważam za poprawny pod względem naukowym i jasno sformułowany. Zakres pracy ujęty w 3 etapach jako cele szczegółowe, jasno wskazują drogę realizacji zmierzającą do realizacji celu głównego pracy. Przygotowanie materiału do badań (rozdział 7.1) i zastosowane metody badań (rozdziały 7.2 do 7.9) są całkowicie adekwatne do postawionych zadań.

Na szczególną uwagę zasługuje wybór i przygotowanie materiału do badań – wybrane stopy aluminium poddane zostają dwom różnym procesom rozdrobnienia o struktury przy użyciu metod dużego odkształcenia plastycznego SPD: przeciskania przez kanał kątowy ze zwiększeniem efektywności procesu poprzez zastosowanie przyrostowego odkształcenia I-ECAP oraz techniką hybrydową polegającą na połączeniu procesu mtECAP z wielobrotowym walcowaniem płaskim. Daje to znakomite możliwości kształtowania struktury tych stopów na potrzeby tej pracy w zakresie analizy łączenia metodą FSW.

Widać tu wyraźnie staranność Doktorantki zarówno w planowaniu eksperymentów, jak również przygotowaniu odpowiednich zestawów próbek do testów łączenia, badania właściwości mechanicznych i korozyjnych, badań metalograficznych oraz strukturalnych w zakresie preparatyki cienkich folii.

Realizacja szerokiego zakresu badań wynikająca z postawionego celu była możliwe dzięki odpowiedniemu zastosowaniu zaawansowanego spektrum metod badania struktury (elektronowa mikroskopia skaningowa SEM w połączeniu z dyfrakcją elektronów wstecznie sprężycie rozproszonych EBSD, elektronowa mikroskopia transmisyjna TEM, metalografia ilościowa), badań

właściwości mechanicznych (pomiarzy mikrotwardości, statyczna próba rozciągania), badań stabilności cieplnej i badań odporności korozyjnej w roztworze 3,5% NaCl.

Trzeba przyznać, że analiza postawionych zadań, jak również dobór materiału i wybór metod badawczych, pozwala na stwierdzenie, że Pani Marta Orłowska postawione zadania rozwiązała w sposób poprawny, wykazując tym samym dobre przygotowanie do samodzielnego rozwiązywania zagadnień zarówno teoretycznych, jak też związanych z praktyczną realizacją eksperymentu.

Pierwsza część badań własnych (rozdział 9.1) w prezentowanej rozprawie doktorskiej dotyczy otrzymywania i charakterystyki materiałów bazowych: AA 1050 i AA 1350. W szczególności opisano ewolucje mikrostruktury w procesie I-ECAP i w procesie hybrydowym mtECAP:

- parametry ilościowe mikrostruktury (EBSD): średnia średnica ekwiwalentna ziarna d_c wraz ze współczynnikiem zmienności CV, współczynnik kształtu ziarna α ,
- zmiany kątów dezorientacji $\geq 3^\circ$ oraz udział granic ziaren (w %) o dużym ($>15^\circ$) i małym ($\leq 15^\circ$) kącie dezorientacji,
- układy granic ziaren w zależności od liczby przepustów.

Na uwagę w tej części pracy zasługują wyniki rozdrobnienia ziarna wraz ze szczegółową charakterystyką granic ziaren poprzez rozkłady kątów dezorientacji granic. Uzupełnieniem wyników dotyczących oceny struktury są badania właściwości mechanicznych (styczna próba rozciągania) wraz z oceną anizotropii badanych materiałów.

Dalsze badania własne (rozdział 9.1.4) Pani Marta Orłowska poświęciła stabilności cieplnej poprzez analizę mikrostruktury materiałów po procesach wyżarzania oraz zmianach mikrotwardości. Ta część badań własnych zasługuje na szczególną uwagę ze względu na piękne obrazy mikrostruktury (SEM) oraz pogłębioną analizę mikrotwardości w powiązaniu z mikrostrukturą.

Drugą część badań własnych w rozprawie stanowią badania zgrzein jednoimiennych wytworzonych przy różnych parametrach (rozdział 9.2). Przedmiotem szczegółowej analizy była mikrostruktura i właściwości mechaniczne, analogicznie jak w rozdziale 9.1. interesującym aspektem w tej części badań własnych jest ocena odporności korozyjnej otrzymanych połączeń materiałów w procesie FSW.

Chcę tu podkreślić, że wybrane spektrum badań do ceny materiału i jego właściwości jest nie tylko odpowiednio dobrane, ale także są to znakomicie zrealizowane badania, z głęboką znajomością możliwości metod badawczych i specyfiki materiału. Analiza tych wyników badań dokonana przez Autorkę jest konsekwentna, jasna, chociaż miejscami aż „ascetyczna” w doborze ilustracji graficznych omawianych zagadnień ale jednocześnie pełna świadomej oceny właściwości materiału w świetle stosowanych technik badawczych. Jest to rzadko spotykane w rozprawach doktorskich, a w tej pracy budzi szczerzy podziw.

W „Podsumowaniu” (rozdział 9.2.4), przedstawionej rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Marta Orłowska dokonuje analizy wszystkich otrzymanych wyników od charakterystyki mikrostruktury otrzymanych materiałów po rozdrobnieniu metodami przy użyciu metod dużego odkształcenia plastycznego SPD: przeciskania przez kanał kątowy I-ECAP oraz techniką hybrydową mtECAP, poprzez ocenę właściwości mechanicznych materiałów po rozdrobnieniu w zależności od parametrów procesów, do oceny mikrostruktury i właściwości (mechanicznych i korozyjnych) otrzymanych połączeń metodą FSW. W tej części pracy Autorka w pełni wykazała umiejętność syntetycznego i zarazem pogłębionego w stosunku do wcześniejszych opracowań, ujęcia teoretycznych i praktycznych aspektów badań własnych. Widać tu wyraźne starania Autorki o uogólnienia i usystematyzowanie współzależności oddziaływania i interakcji różnorodnych czynników. Jest to bardzo pogładowa i komunikatywna forma przekazu analizy otrzymanych wyników.

Analiza oraz wnioski sformułowane na podstawie otrzymanych wyników badań są przedstawione w sposób jasny i wskazują jednoznacznie, że postawione przez Panią mgr inż. Martę Orłowską cele rozprawy doktorskiej zostały w pełni osiągnięte.

3. Ocena rozprawy doktorskiej

Za największe zalety pracy uważam:

1. Otrzymanie materiałów do badań o ultradrobnoziarnej strukturze e stopów aluminium AA 1050 i AA 1350 w procesie I-ECAP i w procesie hybrydowym mtECAP o parametrach pozwalających na świadome kształtowanie ich struktury i właściwości (mechaniczne, korozyjne) w połączeniach przy użyciu technologii zgrzewania tarcowego z mieszaniem materiału zgrzeiny FSW.

2. Perfekcyjne wykorzystanie szerokiego spektrum metod badawczych w zakresie badań struktury (SEM, EBSD, metalografia ilościowa, odporność korozyjna) w opisie zmian właściwości materiałów i połączenia po procesie FSW.

Oceniając pozytywnie rozprawę doktorską, pozwolę sobie na kilka uwag do dyskusji, a w szczególności:

1. Po doświadczenia zdobytych podczas realizacji tej pracy, jakie inne alternatywne metody wytworzenia materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej mogą być brane pod uwagę w aspekcie zastosowań dla złączy trwałych?
2. Przedstawiony zestaw badań mikrostruktury, składu chemicznego oraz raz odporności na korozję został w pracy doktorskiej właściwie dobrany i znakomicie wykorzystany do oceny właściwości wytworzonych materiałów. Ale czy można by go rozszerzyć o jeszcze inne badania - jakie i dlaczego?
3. Jakie były błędy pomiarów twardości?
4. Gdzie jest rozdział 8 rozprawy doktorskiej?

W podsumowaniu recenzji stwierdzam, że pod względem edytorskim praca jest wykonana poprawnie, napisana jest prostym i jasnym językiem. Wyniki badań zostały dobrze opracowane i zinterpretowane.

4. Ocena końcowa rozprawy doktorskiej

W ogólnej ocenie stwierdzam, że Pani mgr inż. Marta Orłowska zrealizowała zadanie badawcze będące przedmiotem rozprawy doktorskiej. Zawarte w rozprawie wnioski są udokumentowane. Postawiony na początku części badań własnych cel rozprawy w pełni został osiągnięty w oparciu o przeprowadzone studium literaturowe oraz wykonane i prawidłowo zinterpretowane wyniki badań własnych. Sposób przedstawienia i opracowania wyników badań wskazuje, że Autorka rozprawy opanowała w stopniu zaawansowanym warsztat badawczy niezbędny do realizacji pracy i wykazała niezbędną wiedzę z zakresu inżynierii materiałowej, planowania badań i opracowania wyników. Sformułowała szereg wniosków o znaczeniu poznawczym i aplikacyjnym. Biorąc pod uwagę poznawcze i aplikacyjne znaczenie pracy, sposób



realizacji programu badawczego, formę opracowania i przedstawienia wyników wykonanych badań, jak również zaprezentowane wnioski, mogę z przekonaniem stwierdzić, że rozprawa spełnia wymagania Ustawy o Stopniach i Tytułach Naukowych stawiane pracom doktorskim i wnoszę o dopuszczenie Pani mgr inż. Justyny Witkowskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Na podstawie przedstawionej opinii stwierdzam, że przedstawiona praca doktorska Pani mgr inż. Marty Orłowskiej p.t.: „**Wytwarzanie i łączenie aluminium o strukturze ultradrobnoziarnistej**” spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim, przewidziane odpowiednimi ustawami i jednocześnie wnoszę o jej wyróżnienie.

Katowice, 23 sierpnia 2019r.

prof. dr hab. inż.
Maria Sozańska